

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

**MANUFACTURE OF GALLIUM NITRIDE COMPOUND SEMICONDUCTOR**

Patent Number: JP3252175  
Publication date: 1991-11-11  
Inventor(s): SASA MICHINARI; others: 05  
Applicant(s): TOYODA GOSEI CO LTD; others:  
Requested Patent: ☐ JP3252175  
Application JP19900050209 19900228  
Priority Number(s):  
IPC Classification: H01L33/00; H01L21/205  
EC Classification:  
Equivalents: JP2623466B2

**Abstract**

**PURPOSE:** To obtain an N-type GaN compound semiconductor in which its resistivity can be controlled by controlling mixture ratio of gas containing silicon to other raw gas.

**CONSTITUTION:** A sapphire board 1 is vapor etched, an AlN buffer layer 2 is formed, a high carrier concentration layer 3 made of GaN is formed, and then an N<+> type low carrier concentration layer 4 made of GaN is formed. When the layer 3 is formed by vapor growth, H<sub>2</sub>, NH<sub>3</sub> as other raw gas and H<sub>2</sub> in which TMG held at -25 deg.C are bubbled are fed to control flow rate of silane (SiH<sub>4</sub>) gas diluted with H<sub>2</sub> is controlled as gas containing silicon.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許番号

第2623466号

(45) 発行日 平成9年(1997)6月25日

(24) 登録日 平成9年(1997)4月11日

(51) IntCl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

H 0 1 L 33/00

H 0 1 L 33/00

C

21/205

21/205

請求項の数4(全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平2-50209

(22) 出願日 平成2年(1990)2月28日

(65) 公開番号 特開平3-252175

(43) 公開日 平成3年(1991)11月11日

早期審査対象出願

(73) 特許権者 999999999

豊田合成株式会社

愛知県西春日井郡春日町大字落合字長畑  
1番地

(73) 特許権者 999999999

株式会社豊田中央研究所

愛知県愛知郡長久手町大字長湫字横道41  
番地の1

(73) 特許権者 999999999

名古屋大学長

愛知県名古屋市千種区不老町(番地な  
し)

(74) 代理人 弁理士 藤谷 修

審査官 後藤 時男

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 窒化ガリウム系化合物半導体発光素子

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】 サファイア基板と、サファイア基板上に有機金属化合物気相成長法により形成された窒化ガリウム系化合物半導体 ( $Al_xGa_{1-x}N$ ;  $x=0$  を含む) の気相成長膜を有する発光素子であって、

前記気相成長膜は、前記気相成長時に導入されたシリコンを含むことにより抵抗率が  $3 \times 10^{-1} \sim 8 \times 10^{-3} \Omega \text{cm}$  であることを特徴とする発光素子。

【請求項2】 前記気相成長膜は窒化ガリウム (GaN) であることを特徴とする請求項1に記載の発光素子。

【請求項3】 前記サファイア基板と前記気相成長膜との間に、バッファ層を有することを特徴とする請求項1又は請求項2に記載の発光素子。

【請求項4】 前記バッファ層は、気相成長膜の成長温度より低温で、サファイア基板上に有機金属化合物気相成

長法により形成されたことを特徴とする請求項3に記載の発光素子。

【発明の詳細な説明】

【産業上の利用分野】

本発明は、発光強度の改善された窒化ガリウム系化合物半導体発光素子に関する。

【従来技術】

従来、青色の発光ダイオードに、GaN系の化合物半導体が用いられている。そのGaN系の化合物半導体は直接遷移であることから発光効率が低いこと、光の3原色の1つである青色を発光色とすること等から注目されている。

このようなGaN系の化合物半導体を用いた発光ダイオードは、サファイア基板上に直接又は窒化アルミニウムから成るバッファ層を介在させて、N型のGaN系の化合

R007422

物半導体から成るN層を成長させ、そのN層の上にP型不純物を添加してI型のGaN系の化合物半導体から成るI層を成長させた構造をとっている(特開昭62-119196号公報、特開昭63-188977号公報)。

【発明が解決しようとする課題】

上記構造の発光ダイオードを製造する場合に、I層とN層との接合が用いられる。

そして、GaN系の化合物半導体を製造する場合には、通常、意図的に不純物をドーピングしなくても、そのGaN系の化合物半導体はN導電型となり、逆に、シリコン等の半導体と異なり、I (Insulator) 型の半導体を得るには、亜鉛をドーピングしていた。又、N型のGaNを得る場合には、その導電率の制御が困難であった。

しかしながら、本発明者は、上記のGaN発光ダイオードを製造する過程において、有機金属化合物気相成長法によるGaN半導体の気相成長技術を確立するに至り、高純度のGaN気相成長膜を得ることができた。この結果、従来、不純物のドーピングをしない場合には、低抵抗率のN型GaNが得られたが、本発明者等の気相成長技術の確立により、不純物のドーピングなしに高抵抗率のN型GaNが得られた。

一方、今後、上記のGaN発光ダイオードの特性を向上させるためには、意図的に導電率の制御できるN型のGaN系化合物半導体の気相成長膜を得ることが必要となってきた。

したがって、本発明の目的は、抵抗率の制御可能なN型のGaN系化合物半導体気相成長膜により、発光素子の発光強度を増加させることである。

【課題を解決するための手段】

本発明は、サファイア基板と、サファイア基板上に有機金属化合物気相成長法により形成された窒化ガリウム系化合物半導体 ( $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ;  $x=0$  を含む) の気相成長膜を有する発光素子であって、気相成長膜は、気相成長時に導入されたシリコンを含むことにより抵抗率が  $3 \times 10^{-1} \sim 8 \times 10^{-3} \Omega\text{cm}$  であることを特徴とする。

又、本発明の他の特徴は、シリコンを含む気相成長膜を窒化ガリウム (GaN) としたことであり、さらに、他の特徴は、サファイア基板と気相成長膜との間に、バッファ層を設けたことである。

又、他の特徴は、バッファ層が、気相成長膜の成長温度より低温で、サファイア基板上に有機金属化合物気相成長法により形成されたことである。

【発明の作用及び効果】

サファイア基板上に有機金属化合物気相成長法により形成された窒化ガリウム系化合物半導体 ( $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ;  $x=0$  を含む) の気相成長膜の気相成長時にシリコンを添加することで、抵抗率を  $3 \times 10^{-1} \sim 8 \times 10^{-3} \Omega\text{cm}$  に設定した気相成長膜を少なくとも1層設けた。これにより、上記の気相成長膜の抵抗率を上記の所定範囲の所望の値に設定できる結果、発光素子の電気的特性を均一化する

ことができたと共に、発光素子の駆動電圧の低下させ、発光強度を増加させることができた。

又、サファイア基板上に、気相成長膜の成長温度より低温で有機金属化合物気相成長法により形成されたバッファ層を有しているため、気相成長膜の結晶性が改善された。

上記の気相成長膜は、気相成長過程において、シリコンを含むガスと、他の原料ガスとを同時に流し、両ガスの混合比率を所定範囲の値に設定することにより得ることができる。

【実施例】

以下、本発明を具体的な実施例に基づいて説明する。

以下の方法により本発明の発光素子にかかる第1図に示す構造の発光ダイオード10を製造した。

第1図において、発光ダイオード10はサファイア基板1を有しており、そのサファイア基板1に500ÅのAlNのバッファ層2が形成されている。そのバッファ層2の上には、順に、膜厚約2.2μmのGaNから成る高キャリア濃度N層3と膜厚約1.5μmのGaNから成る低キャリア濃度N層4が形成されている。更に、低キャリア濃度N層4の上に膜厚約0.2μmのGaNから成る1層5が形成されている。そして、1層5に接続するアルミニウムで形成された電極7と高キャリア濃度N層3に接続するアルミニウムで形成された電極8とが形成されている。

次に、この構造の発光ダイオード10の製造方法について説明する。

上記発光ダイオード10は、有機金属化合物気相成長法(以下「MOVPE」と記す)による気相成長により製造された。

用いられたガスは、 $\text{NH}_3$ とキャリアガス $\text{H}_2$ とトリメチルガリウム ( $\text{Ga}(\text{CH}_3)_3$ ) (以下「TMG」と記す)とトリメチルアルミニウム ( $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$ ) (以下「TMA」と記す)とシラン ( $\text{SiH}_4$ )とジエチル亜鉛 (以下「DEZ」と記す)である。

まず、有機洗浄及び熱処理により洗浄したa面を主面とする単結晶のサファイア基板1をMOVPE装置の反応室に載置されたサセプタに装着する。

次に、 $\text{H}_2$ を流速2/分で反応室に流しながら温度1200℃でサファイア基板1を10分間気相エッチングした。

次に、温度を、400℃まで低下させて、 $\text{H}_2$ を流速20/分、 $\text{NH}_3$ を流速10/分、15℃に保持したTMAをバブリングさせた $\text{H}_2$ を50cc/分で供給してAlNのバッファ層2が約500Åの厚さに形成された。

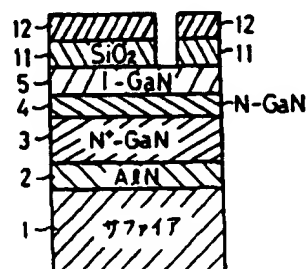
次に、TMAの供給を停止して、サファイア基板1の温度を1150℃に保持し、 $\text{H}_2$ を20/分、他の原料ガスとしての $\text{NH}_3$ を10/分及び、15℃に保持したTMGをバブリングさせた $\text{H}_2$ を100cc/分で流し、シリコンを含むガスとして $\text{H}_2$ で0.86ppmまで希釈したシラン ( $\text{SiH}_4$ )を200ml/分で30分流して、膜厚約2.2μm、キャリア濃度 $1.5 \times 10^{19} \text{cm}^{-3}$ のGaNから成る高キャリア濃度N層3を形成した。

次に、第7図に示すようにそのフォトリジスト14をマスクとして下層のA1層13の露出部を硝酸系エッチング液でエッチングし、フォトリジスト14をアセトンで除去し、高キャリア濃度N<sup>+</sup>層3の電極8、1層5の電極7を

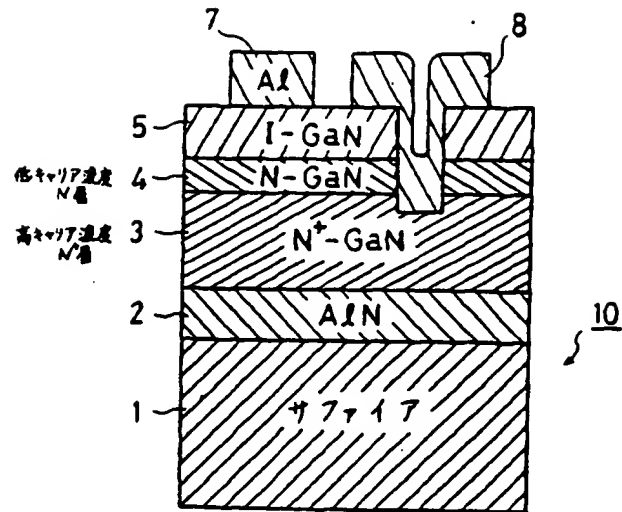
又、発光面を観察した所、発光点の数が増加していることも観察された。

10……発光ダイオード、1……サファイア基板、  
2……バッファ層、3……高キャリア濃度N<sup>+</sup>層  
4……低キャリア濃度N層、5……I層  
7,8……電極

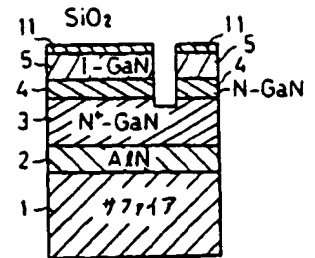
【第4図】



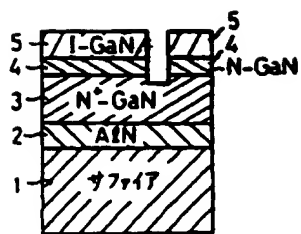
【第1図】



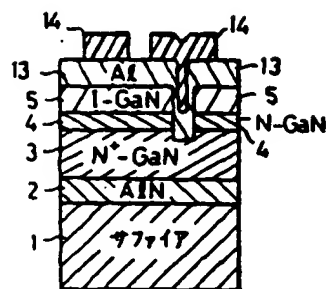
【第5図】



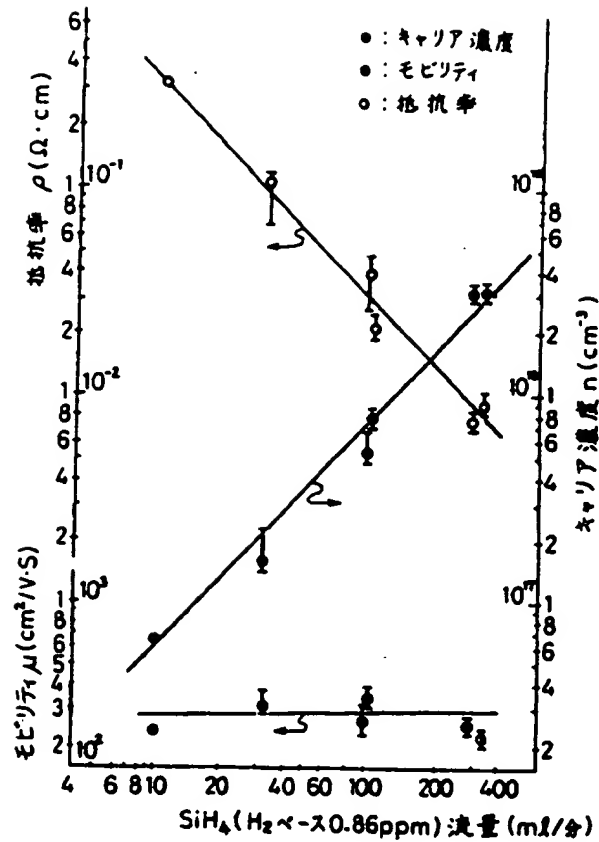
【第6図】



【第7図】



【第8図】



フロントページの続き

(73) 特許権者 999999999

科学技術振興事業団  
埼玉県川口市本町4丁目1番8号

(72) 発明者 佐々 道成

愛知県西春日井郡春日村大字落合字長畑  
1番地 豊田合成株式会社内

(72) 発明者 真部 勝英

愛知県西春日井郡春日村大字落合字長畑  
1番地 豊田合成株式会社内

(72) 発明者 馬淵 彰

愛知県西春日井郡春日村大字落合字長畑  
1番地 豊田合成株式会社内

(72) 発明者 加藤 久喜

愛知県西春日井郡春日村大字落合字長畑  
1番地 豊田合成株式会社内

(72) 発明者 橋本 雅文

愛知県愛知郡長久手町大字長湫字横道41  
番地の1 株式会社豊田中央研究所内

(72) 発明者 赤崎 勇

愛知県名古屋市中千種区不老町(番地な  
し) 名古屋大学内

(56) 参考文献

特開 昭59-228776 (J P, A)

特開 昭63-188938 (J P, A)

Journal of Crysta  
l Growth, 77 (1986), P.  
424~429

Journal of Crysta  
l Growth, 68 (1984), P. 54  
~59

J. Phys. Chem. Solid  
s. 1973. Vol. 34. Pp. 885~895

R007426